

?fam jp03243696/pn

1/1 PLUSPAT - (C) QUESTEL-ORBIT- image  
CPIM (C) JPO  
PN - JP3243696 A 19911030 [JP03243696]  
TI - (A) LOW-NOISE UREA GREASE COMPOSITION  
PA - (A) NIPPON KOYU KK  
PA0 - (A) NIPPON KOYU:KK  
IN - (A) TAKEMURA KUNIO; SAITO TAKASHI  
AP - 1990JP-0039612 19900222  
PR - 1990JP-0039612 19900222  
IC - (A) C10M-115/08 C10N-030/00 C10N-030/08 C10N-050/10  
AB - (JP03243696)

PURPOSE: To provide the title composition excellent in low-noise performance, heat resistance and durability compared to the conventional low-noise lithium soap grease, comprising a specific urea compound and a base oil at a specified proportion.

- CONSTITUTION: The objective composition comprising (A) 2 -40wt.% of a urea compound of the formula [R<sub>1</sub> and R<sub>3</sub>] are each mixture of 8-18C alkyl and 5-95 (pref. 20-70)mol% of oleyl; R<sub>2</sub> is 3,3'-dimethyl-4,4'biphenylene] and (B) 98 - 60 wt.% of a base oil consisting of  $\alpha$ -olefin oligomer, paraffin mineral oil, dimethyl silicone, pentaerythritol tetraester etc.

- COPYRIGHT: (C)1991,JPO&Japio

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-243696  
(43)Date of publication of application : 30.10.1991

---

(51)Int.CI. C10M115/08  
// C10N 30:00  
C10N 30:08  
C10N 50:10

---

(21)Application number : 02-039612 (71)Applicant : NIPPON KOUYU:KK  
(22)Date of filing : 22.02.1990 (72)Inventor : TAKEMURA KUNIO  
SAITO TAKASHI

---

(54) LOW-NOISE UREA GREASE COMPOSITION

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the title composition excellent in low-noise performance, heat resistance and durability compared to the conventional low-noise lithium soap grease, comprising a specific urea compound and a base oil at a specified proportion.

CONSTITUTION: The objective composition comprising (A) 2 -40wt.% of a urea compound of the formula [R1 and R3 are each mixture of 8-18C alkyl and 5-95 (pref. 20-70)mol% of oleyl; R2 is 3,3'-dimethyl-4,4'biphenylene] and (B) 98 - 60 wt.% of a base oil consisting of  $\alpha$ -olefin oligomer, paraffin mineral oil, dimethyl silicone, pentaerythritol tetraester etc.

R<sub>1</sub> = NHCOXH = R<sub>2</sub> = NHCOXH = R<sub>3</sub>

---

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

⑨ 日本国特許庁 (JP)

⑩ 特許出願公開

## ⑪ 公開特許公報 (A) 平3-243696

⑫ Int. Cl.

C 10 M 115/08  
II C 10 N 30:00  
30:08  
50:10

識別記号

府内整理番号

⑬ 公開 平成3年(1991)10月30日

Z 8217-4H  
8217-4H

審査請求 有 標題の該 2 (全 9 頁)

⑭ 発明の名称 低騒音ウレアグリース組成物

⑮ 登録 平2-39612

⑯ 出願 平2(1990)2月22日

⑰ 発明者 竹村 邦夫 東京都大田区西六郷3丁目22番5号 株式会社日本石油内

⑱ 発明者 齊藤 隆 東京都大田区西六郷3丁目22番5号 株式会社日本石油内

⑲ 出願人 株式会社日本石油 東京都大田区西六郷3丁目22番5号

⑳ 代理人 井理士 小田 治親

## 明細書

## 1. 発明の名稱

低騒音ウレアグリース組成物

## 2. 特許請求の範囲

## (1) 一般式

R1-NHCOR-NR2-NHCOR-NR3

〔式中、R1およびR3は炭素数8~16のアルキル基とオレイル基の混合体であり、且つオレイル基の割合が5~35モル%である。またR2は3,3'-ジメチル-1,4'-ビフェニレン基を表わす。〕  
で示されるウレア化合物2~10質量%と基油30~40質量%からなることを特徴とする低騒音ウレアグリース組成物。

(2) 特許請求の範囲第1項記載のグリース組成物の2種類以上の混合体であって、高回においても安定なグリース機能を保つことを特徴とする低騒音ウレアグリース組成物。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、低騒音を要求される歯車に用いられ

るジウレアグリース組成物に関するものである。

## 〔従来の技術とその問題点〕

近年の技術発展とニードーの高級指向から家庭電気製品、OA機器、さらには自動車部品などにおいては、その本來的な機能向上とともに耳障りな騒音の低減が課題となっている。

この様な機器類の最高の性能の一つとして、モーターなど回転装置の回転音を実感している歯受が挙げられる。この歯受から発生する音は、他の部分から発生する音と一緒にになって機器全体の騒音レベルを押し上げる事になる。この歯受騒音の原因としては、歯受の加工粗立精度、取り付け精度の問題、潤滑剤として使用するグリース中の異物や導電率粒子の影響が挙げられるが、近年、問題となっているのは潤滑グリースに起因する騒音である。すなわち、歯受の軸部体と軸受部の間の微小な隙間に侵入した潤滑グリース中の異物や導電率粒子がくだけたり、つぶれたりする時に歯受を振動させ、それが歯受の騒音として現われ

## 特開平3-243696 (2)

る。

低騒音を要求される軸受には、異物混入防止のため既報に記載された製造工程により製造されるリチウム石鹼グリースが広く用いられているが、近年の使用条件の過酷化により高圧でも長期安定な性能を発揮するグリースが求められるようになってきた。

この様な要件に対して、リチウム石鹼グリースに比べて高圧でも安定なゲル構造を有するウレアグリースを用いようという試みがなされているが、ウレアグリースはその増塑剤粒子の性質上、軸受騒音を発生させやすく、低騒音を要求される軸受にはほとんど普及していない。

本発明者は、まずウレアグリースによる軸受騒音発生の原因を明確するため市販ウレアグリースに関して分析した結果、グリース中のウレア化合物の単位粒子（または単位距離、以下同）の直径（または構造長さ）は、大きさでも10  $\mu$ m 程度でほとんどが5  $\mu$ m 以下であるにもかかわらず、その単位粒子が集まつた20~200  $\mu$ m 程度の團集

体が多數存在し、この團集体が軸受騒音の原因である事を突きとめた。

また、下記に示すアミン類、ツイソシアネート類、其種各々の組合せについて、アミンとツイソシアネートの反応により生成するウレア化合物と基油の重量比が10対80になるような配合を作成し、アミンの基油溶液とツイソシアネートの基油溶液を混合して反応させ、170℃まで加熱攪拌処理を行ない、密閉まで放置後、三本ロールミルで仕上げ処理するという一般的な製法により試作して分析を行なった。

## アミン類

・プロピルアミン、イソプロピルアミン  
・ブチルアミン、インプロチルアミン  
・ブチルアミン、n-ベンチルアミン  
3-メチルブチルアミン、n-ヘプチルアミン  
n-オクチルアミン、2-エチルヘキシルアミン  
n-ドデシルアミン、n-テトラデシルアミン  
n-ヘキサデシルアミン、n-オクタデシルアミン  
アニリン、n-ビフェニルアミン

ル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネートを基油中で反応させたグリースを除く、全ての試作グリースにおいて20~200  $\mu$ m 程度の團集体が多數存在する事を確認した。

20~200  $\mu$ m 程度の團集体の存在する試料のうち、n-オクチルアミンとル-4,4'-ビフェニルメタジイソシアネートをパラフィン系基油(40℃動粘度67cSt)中で反応させたグリース、シクロヘキシルアミンとル-4,4'-ジフェニルメタジイソシアネートをベンケリスリストールテトラエステル(40℃動粘度31cSt)中で反応させたグリースについて、さらに3本ロールミルを通過させる処理を試みた結果、20回通過させると約60%程度減る事が確認された。しかし、さらに100回通過させても若干の減少は認められるが完全に消失するわけではなく、また、この様な方法は過大な時間と労力を要し、実用には供し難い。他の仕上げ処理方法としてホモジナイザー処理、ボールミル処理、コロイドミル処理を試みたが、効果を効果は得られなかった。以上の様に、一旦團集体ができてしま

ル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネート  
n-ドデシルアミン、シクロヘキシルアミン  
シクロヘキシルアミン、  
ジヒドロアビエチルアミン、  
3,5,5-トリメチルヘキシルアミン、  
オレイルアミン  
ツイソシアネート類  
1,5-ナフチレンジイソシアネート  
4,4'-ジフェニルメタジイソシアネート  
2,4-トリレンジイソシアネート  
3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネート  
ヘキサメチレンジイソシアネート

基油  
α-オレフィンオリゴマー(40℃動粘度30cSt)  
パラフィン系基油(40℃動粘度67cSt)  
ジメチルシリコーン(25℃動粘度200cSt)  
ベンタエリスリトリルナトラエステル(40℃動粘度31cSt)

分析結果は、オレイルアミンと3,3'-ジメチ

## 特開平3-243696(3)

まうと、機械的処理では限界があると考えられた。

機械的処理の存在しなかったオレイルアミンと3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアートを基油中で反応させたグリースは、優れた低燃性性能を有しているが、長期間静置保存すると、たとえば、基油を基油とするグリース(閃点含有量20重量%)では、80日間で粘度(JIS K 2220 5.3)が271から328に変化するというように、かなり軟化する傾向を示し、また、熱負試験(JIS K 2220 5.6)では100℃以下で低下してしまい、現実的には150℃以下の温度でしか使用できない。すなわち、この増塑剤を使用したグリースは、他のウレアグリースと比較して貯蔵安定性および高燃安定性が劣るという問題点があつた。

## 【問題を解決するための手段】

そこで、本発明者は、オレイルアミンと3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアートを基油中で反応させたグリースの優れた

定性が劣るので、ともに本発明には墨さない。

すなわち、上記一般式で示される増塑剤と基油からなるウレアグリース組成物は、優れた低燃性を有し、かつ、80日間静置保存での粘度の変化が±10以下という貯蔵安定性および閃点が100℃以上という高燃安定性を有する。

さらに研究を重ねた結果、上記一般式のR1およびR2に含まれるアルキル基が異なる2種類以上のグリースを別々に製造し、それらを混合する事により、沸点が混合前のいずれのグリースよりも高くなり、さらに高燃でも安定なゲル構造を有するグリースが得られる事を見いたした。グリースの混合比としては、混合された各種類のグリースの増塑剤の重量比が1対10になるような混合比でも沸点の上昇は認められるが、250℃以上の沸点を有するグリースを得るには、異なる増塑剤の重量比が10~90対90~10になるような混合比が望ましい。

以上のような方法によりウレアグリースの特徴である高燃安定性を有し、かつ、リチウム石鹼グ

リード性を損なう事なく、優れた貯蔵安定性および高燃安定性を有するように、その増塑剤について検討研究を重ねた結果、以下の一般式で示される増塑剤を見いだした。

## 一般式



【式中、R1およびR2は炭素数8~18のアルキル基とオレイル基の混合体であり、且つオレイル基の割合が5~95モル%である。またR3は3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレン基を表す。】

この式で、R1およびR3に炭素数が7以下のアルキル基やフェニル基、シクロアルキル基を含む場合は、増塑剤の凝集性が生成し本発明には適さない。R1およびR3に炭素数18を越えるアルキル基を含む場合は、その代料となる長鎖のモノアミンを経済的価格で入手する事が難しいので実用には適さない。また、R1およびR3中に占めるオレイル基の割合は、5~95モル%を含むは20~70モル%であり、5モル%未満では増塑剤の凝集性が生じ、95モル%を越えると貯蔵安定性および高燃安

定性が劣るので、ともに本発明には墨さない。

すなわち、上記一般式で示される増塑剤と基油からなるウレアグリース組成物は、優れた低燃性を有し、かつ、80日間静置保存での粘度の変化が±10以下という貯蔵安定性および高燃安定性を有する。

本発明の特許請求の範囲第1項記載のウレアグリースは、たとえば、全アミン、全ジイソシアートそれぞれの基油を、80~120℃で混合し、攪拌しながら毎分1~5回の速度で170~200℃まで昇温させ、放冷後、3本ロールミルで仕上げ処理するというような、公知の一般的な製法により得ることができる。また、本発明の特許請求の範囲第2項記載の増塑剤中に異なるアルキル基を含む2種類以上のグリースの混合も、それらグリースが均一によく混じり合ってさえいれば、その方法、基油は特に無定されない。ただし、本発明の高燃においても安定なゲル構造を有する特許請求の範囲第2項記載のグリースを得るために、グリース同士を混合する必要があり、ジイソシアートとアミンの反応時に異なる2種類以上のアルキルアミンを混合しても、目的とするウレアグリースは得られない。

本発明に用いる基油は一般に知られている潤滑

## 特開平3-243696 (4)

油であり、鉛油、マー油、オリゴマー、シリコーン油、ジエステル油、トリエステル油、ナトロエステル油、フッ素油、リン酸ニスナル油、ヒマシ油、フェニルニーテル油、アルキルナフタレン、アルキレングリコール等である。

本発明のジウレアグリース組成物において、増塑剤であるジウレア化合物の含有量は2～40重量%，軽くしては5～35重量%である。ジウレア化合物の含有量が2重量%未満の場合には、増塑効果が少なくグリース状にはならず、また、40重量%を超えるとグリースは硬くなりすぎて十分な潤滑効果が得られない。

本発明のジウレアグリースには、その目的とする性質を保ねることなしに、さらにその性能を向上させるため本発明の成分とは別に、硬化防止剤、助触剤、活性剤など各種添加剤を加える事ができる。

## 【作用】

本発明の作用は概ね以下のように考えられるが、詳細なメカニズムを解明するに至っていない

うに結合する事によって稠度が高くなる理由は、異なる性質を有する粒子、すなわち増塑剤中のアルキル基の異なる粒子が相互にゲル構造を強化し合うためと考えられる。

一般に、ジイソシアート溶液に2種類以上のモノアミンを均一に分散させた溶液を加え反応させると、その両端に結合しているアミン残基の違いによって3種類以上のジウレア化合物が生成し、それらの生成割合は使用するモノアミンの反応性と混合比による。しかし、それらジウレア化合物分子はグリース中で、それぞれの種類別に別の粒子を作っているわけではなく、複雑に混じり合い、厳密には個々の粒子は少しずつ異なる事はあっても、構成した性質を有する粒子になっていると考えられる。従って、ジイソシアートとモノアミンの反応時に異なる2種類以上のアルキルアミンを結合しても、異なる性質を有する増塑剤粒子が相互にゲル構造を強化し合う事はでき得ず、高稠度を有する本発明の特許請求の範囲第2項記載のジウレアグリースは得られない。

い。

本発明のジウレアグリースは、即ちに、その増塑剤中にオレイル基と炭素数8～10のアルキル基とを適度に混在させる事を特徴とする。この方法によりオレイルアミンと3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネットを基槽中で反応させて得られたグリースの耐温安定性および高温安定性が改良された。これは、炭化水素基が二重結合に対して同じ側にあるシス構造をとり、炭素鎖の中失活部分で大きく折れ曲った立体構造を有するオレイル基、すなわちシメ-9-オクタデセニル基がジウレア分子中に存在するため、その立体構造の影響で増塑剤粒子の凝集が難しく、その立体構造ゆえの増塑剤としての不安定さを遮断のアルキル基の役目で緩和したものと考えられる。

さらに、前記方法で得られたグリースのうち、増塑剤に異なるアルキル基を含む2種類以上のグリースを混合する事が第2の特徴である。この混合により断熱安定性がさらに改良された。このよ

## 【実施例】

本発明を以下の実施例、比較例により具体的に説明する。ここで実施例、比較例に用いる略語、用語、実験方法は以下の通りである。

## ① TGA

3,3'-ジメチル-4,4'-ビフェニレンジイソシアネット

## ② 粘度

パラフィン基粘度 40℃粘度 87cSt

## ③ α-オレフィン

α-オレフィンオリゴマー 40℃粘度 20cSt

## ④ フェニルエーテル

アルキルジフェニルエーテル 40℃粘度 87cSt

## ⑤ オレイル/非オレイル比

グリース中の主ジウレア化合物の炭素基のオレイル基とそれ以外の炭化水素基（非オレイル基）とのモル比を示す。たとえば、オレイル基が90モル%、非オレイル基が10モル%ならば、90/10と表示する。

## 高稠度

JIS K 2220 5.3による。

#### ②測定点

JIS K 2220 5.4による。

#### 半断面安定度

グリース約50kgを、25±3°Cで80時間、容器に密閉保管した後の混和構成を測定し、下式で試験前との誤差値を算出する。

密度差=80日後の混和構成-試験前の混和構成の偏差

きょう雑物試験(JIS K 2220 5.8)を応用し、スタイルガラスにグリースを塗り、カバーガラスをかぶせてグリース膜厚を20μmにし、光学顕微鏡(倍率100倍)で観察し、 $0.45mm \times 0.84mm$ の枠内にある20μm以上の大さきの混集体を数える。

#### ③アンデロン値

アンデロンメーターはころがり軸受の振動測定器として広く使用されており、軸受の内輪を回転させ、スラスト荷重を負荷した外輪の振動をアンデロンという単位で指示する装置である。本発明

させて、それぞれのグリースを得た。

#### 実施例10

実施例2、実施例5および実施例8で得たグリースを、それぞれ重量比40対30対30で混合し、3本ロールミルを2回通過させて、グリースを得た。

#### 比較例7～10

市販ウレアグリースおよび市販低脂質リチウム石鹼グリースである。

#### 特開平3-243696(5)

では軸受φ200、グリース充てん量6.30g、軸受内輪回転数1840r.p.m.、スラスト荷重2.0kgという条件で、1分間軸受を回転させ、1分後のHigh Band(1800～10000Hz)における振示値をアンデロン値として読み取る。

次に、実施例、比較例の各グリースの配合および試験結果を示す。各グリースの製法は次の通りである。

#### 実施例1～12、比較例1～6

表に示す配合で、基油流量に全ジイソシアートを80°Cで加熱溶解した溶液と残りの基油に全アミンを80°Cで加熱溶解した溶液を混合して20分間よく搅拌した。この混合物を搅拌しながら平均毎分2回の速度で180°Cまで昇温させた。密閉筒近々で放熱後、3本ロールミルを2回通過させて、それぞれのグリースを得た。

#### 実施例13～15

実施例2および実施例8で得たグリースを、表に示す配合で混合し、3本ロールミルを2回通過

特開平3-243696(8)

	実施例 1	実施例 2	実施例 3	実施例 4	実施例 5	実施例 6
基 準 〔重量%〕	基 準 10.00	基 準 9.95	基 準 9.95	基 準 9.95	基 準 9.95	基 準 9.95
ダイフンアート 〔重量%〕	TODI 8.81	TODI 8.81	TODI 8.58	TODI 8.58	TODI 8.75	TODI 8.21
アミン 〔重量%〕	オレイルアミン 12.71	オレイルアミン 9.35	オレイルアミン 4.88	オレインアミン 6.67	オレイルアミン 9.35	オレイルアミン 6.75
	オクタデシルアミン 0.39	オクタデシルアミン 4.94	オクタデシルアミン 9.41	オクタデシルアミン 12.75	ヘキサデシルアミン 2.78	ナトラデシルアミン 3.00
オレイル/非オレイル比 モル比	75/30	70/30	50/50	5/50	70/30	70/30
粘 性 度	267	268	237	232	254	256
沸 点 [°C]	169	194	215	220	185	198
吸 湿 变 成	+7	+5	+1	-2	+3	+2
20 μm 以上の微粒子の割合	0	0	0	0	0	0
アシドロジン 値	12.5	12.0	13.5	12.5	11.5	12.5

	実施例 7	実施例 8	実施例 9	実施例 10	実施例 11	実施例 12
基 準 〔重量%〕	基 準 9.95	基 準 9.95	オーオレイン 9.95	フェニルエーテル 78.00	基 準 10.00	基 準 10.00
ダイフンアート 〔重量%〕	TODI 8.35	TODI 5.54	TODI 8.91	TODI 8.93	TODI 6.74	TODI 7.10
アミン 〔重量%〕	オレイルアミン 0.18	オレイルアミン 1.81	オレイルアミン 9.35	オレイルアミン 11.22	オレイルアミン 8.26	オレイルアミン 8.22
	オクタデシルアミン 2.87	オクタデシルアミン 1.02	オクタデシルアミン 4.04	オクタデシルアミン 4.85	オクタデシルアミン 2.17	オクタデシルアミン 2.09
オレイル/非オレイル比 モル比	70/30	70/30	70/30	70/30	60/40	60/40
粘 性 度	250	281	273	263	250	266
沸 点 [°C]	217	218	198	180	187	213
吸 湿 变 成	+2	+1	0	+3	+3	0
20 μm 以上の微粒子の割合	0	0	0	0	0	0
アシドロジン 値	13.0	11.5	13.6	12.5	12.0	13.5

特開平3-243696 (7)

実験例 13		実験例 14		実験例 15	
基油 [重量%]	軽油 80.00	軽油 82.00	軽油 85.00	軽油 89.00	軽油 95.00
ジインシブネット [重量%]	TODI 6.61	TODI 5.54	TODI 5.54	TODI 5.54	TODI 5.54
アミン [重量%]	オレイルアミン 8.35	オレイルアミン 7.73	オレイルアミン 7.33	オレイルアミン 7.33	オレイルアミン 7.33
オクタデシルアミン 4.04	オクタデシルアミン 3.82	オクタデシルアミン 3.84	オクタデシルアミン 3.82	オクタデシルアミン 3.82	オクタデシルアミン 3.82
オレイル/非オレイル比、モル比	70/30	70/30	70/30	70/30	70/30
各グリースの滴点 ℃	184	218	184	218	184
グリース混合肥	重量比	4.75 : 89.25	7.05 : 82.31	4.9 : 84	
増稠剤混合比	重量比	1 : 91	10 : 90	45.6 : 54.5	
潤滑剤混合比		260	230	270	
凝点 ℃	222	235	235	235	
貯藏安定度		+2	+1	0	
20μm 以上の微粒子の割合		0	0	0	
アンデロン値		12.0	12.0	11.5	

実験例 16			
基油 [重量%]	軽油 80.00	軽油 82.00	軽油 85.00
ジインシブネット [重量%]	TODI 6.61	TODI 6.21	TODI 5.54
アミン [重量%]	オレイルアミン 8.35	オレイルアミン 8.73	オレイルアミン 7.84
オクタデシルアミン 4.04	オクタデシルアミン 3.80	オクタデシルアミン 3.82	オクタデシルアミン 3.82
オレイル/非オレイル比、モル比	70/30	70/30	70/30
各グリースの滴点 ℃	184	190	218
グリース混合肥	重量比	48 : 30	30 : 30
増稠剤混合比	重量比	64.7 : 35.2	25.1
潤滑剤混合比		258	
凝点 ℃		273	
貯藏安定度		-1	
20μm 以上の微粒子の割合		0	
アンデロン値		12.0	

特許平3-243696 (8)

	比較例 1	比較例 2	比較例 3	比較例 4	比較例 5	比較例 6
基準 〔全般〕	基準 69.60	基準 69.60	基準 69.60	基準 69.60	基準 69.60	基準 69.60
ロイシンアミド 〔全般〕	RO1 6.62	RO1 7.75	RO1 7.47	RO1 7.58	RO1 7.91	RO1 6.58
アミン 〔全般〕	オレイルアミン 19.38	オレイルアミン 19.17	オレイルアミン 19.59	オレイルアミン 19.72	オレイルアミン 19.78	オレイルアミン 6.27
		ブチルアミン 1.23	ベンズルアミン 1.95	シクロヘキシル アミン 1.70	アミン 1.61	オクタデシルアミン 13.13
オレイル/非オレイル比　モル比	109/0	70/30	70/30	70/30	70/30	2/98
最高燃点	271	261	264	267	262	270
燃点	179	244	234	253	249	179
燃点安定度	+57	-4	-3	-5	+1	-3
20μm 以上の微粒子の割合	0	15	10	17	16	18
アンデロン率	12.0	27.5	26.0	31.0	26.0	25.0

	比較例 7	比較例 8	比較例 9	比較例 10
	市販クレアグリース A	市販クレアグリース B	市販低燃点リチウム 石鹼グリース A	市販低燃点リチウム 石鹼グリース B
最高燃点	282	271	218	263
燃点	205	200	192	194
燃点安定度	-5	-3	+2	+3
20μm 以上の微粒子割合	17	12	0	4
アンデロン率	89.0	35.0	18.0	21.0

## 特開平3-243696 (8)

実施例1～12から、増塑剤中にオレイル基と炭素数8～16のアルキル基とを適度に混在させる事により、比較例1のグリースの低噪音性能を損なうがなしに、その耐熱安定性および荷重安定性が改良された事がわかる。

実施例1～12のグリースは、沸点は市販低噪音リチウム石鹼グリースと同程度であるが、20‰以上上の発泡体は全く存在せず、また、アンデロン値が11.5～12.5であり、比較例7～10に示す市販ウレアグリースおよび市販低噪音リチウム石鹼グリースよりも優れた低噪音性能を有している事は明らかである。

実施例11および実施例12のグリースは、増塑剤中に異なるアルキル基を有するが、ジイソシアネートとの反応時に異なる2種類のアルキルアミンを加えたもので、グリース閃光を発合したものではないため高燃点を有しない。

実施例13～16は、増塑剤中に異なるアルキル基を有する本発明の特許請求の範囲第3項記載のグリースを2種類以上混合したものであり、いずれ

上の発泡体の存在しない低噪音ジウレア化合物結晶の分散系であり、しかも炭素と同様の製法により製造することが可能である。

得られたジウレアグリース組成物は、市販低噪音リチウム石鹼グリースに優る低噪音性能および耐熱安定性を有する事が確認された。

すなわち、本発明は従来の低噪音リチウム石鹼グリースより耐熱性、耐久性の優れた低噪音ウレアグリースを提供できるという効果を有する。

のグリースも同様の上昇が認められる。特に実施例13～16は、ウレアグリースの特徴である優れた高燃安定性と市販低噪音リチウム石鹼グリースよりも優れた低噪音性能を有する極めて有用なグリースである。

比較例1のグリースは、優れた低噪音性能を有するが、過度なアルキル基の混在がないため高燃安定性と耐熱安定性が本発明グリースより劣っている。

比較例2～5のグリースは、その増塑剤中に炭素数7以下のアルキル基またはシクロアルキル基またはフェニル基を含むので、増塑剤の発泡体が生成し、目的とする低噪音性能を有していない。

比較例6は増塑剤中のオレイル基が8モル%未満であるため、増塑剤の発泡体が生成し、目的とする低噪音性能を有していない。

## 【発明の結果】

本発明に係る低噪音ウレアグリース組成物は、その増塑剤であるジウレア化合物の20‰以

代理人 兼理士 小 田 治 譲

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 03-243696  
 (43)Date of publication of application : 30.10.1991

---

(51)Int.CI. C10M115/08  
 // C10N 30:00  
 C10N 30:08  
 C10N 50:10

---

(21)Application number : 02-039612 (71)Applicant : NIPPON KOUYU:KK  
 (22)Date of filing : 22.02.1990 (72)Inventor : TAKEMURA KUNIO  
 SAITO TAKASHI

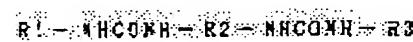
---

## (54) LOW-NOISE UREA GREASE COMPOSITION

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To provide the title composition excellent in low-noise performance, heat resistance and durability compared to the conventional low-noise lithium soap grease, comprising a specific urea compound and a base oil at a specified proportion.

**CONSTITUTION:** The objective composition comprising (A) 2 –40wt.% of a urea compound of the formula [R1 and R3 are each mixture of 8–18C alkyl and 5–95 (pref. 20–70)mol% of oleyl; R2 is 3,3'-dimethyl-4,4'biphenylene] and (B) 98 – 60 wt.% of a base oil consisting of  $\alpha$ -olefin oligomer, paraffin mineral oil, dimethyl silicone, pentaerythritol tetraester etc.




---

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's

Application no/date: 1990- 39612[1990/02/22]

Date of request for examination: [1990/02/22]

Public disclosure no/date: 1991-243696[1991/10/30]

Examined publication no/date (old law): [ ]

Registration no/date: [ ]

Examined publication date (present law): [ ]

PCT application no

PCT publication no/date [ ]

Title of invention: LOW-NOISE UREA GREASE COMPOSITION

Applicant: NIPPON KOYU:KK

Inventor: TAKEMURA KUNIO,SAITO TAKASHI

IPC: C10M115/08 #C10N 30:00 #C10N 30:08

#C10N 50:10

FI: C10N 30:00 Z C10N 30:08 I C10N 50:10 I

C10M115/08

F-term: 4H104BE13B,DA02A,LA20,PA01,PA04,QA18

Expanded classification: 146,222

Fixed keyword:

Citation: [19,1994. 6.21,04:11 ] (04,JP, Unexamined Publication of Patent,S62-250097) (04,JP, Unexamined Publication of Patent,S60-231796) (04,JP, Unexamined Publication of Patent,H01-284591) (04,JP, Unexamined Publication of Patent,S59-5199

8) (11,JP, Unexamined Publication of Patent,H02-77494)

Priority country/date/number: ( ) [ ]( )

Classification of examiners decision/date: (decision of rejection) [1994/12/20]

Final examinational transaction/date: () [ ]

Examination intermediate record:

(A63 1990/ 2/22,PATENT APPLICATION UTILITY MODEL REGISTRATION APPLICATION,14000: )

(A621 1990/ 2/22,WRITTEN REQUEST FOR EXAMINATION,59800: )

(A23 1990/ 3/16,NOTICE OF APPLICATION NUMBER, : )

(A131 1994/ 7/19,WRITTEN NOTICE OF REASON FOR REJECTION, : )

(A313 1994/10/24,RETURN OF REASON FOR REJECTION, : )

(A02 1994/12/20,DECISION OF REJECTION, : )

\*\*\* Trial no/date [ ] Kind of trial [] \*\*\*

Demandant: -

Defendant: -

Opponent: -

Classification of trial decision of opposition/date: () [ ]

Final disposition of trial or appeal/date: () [ ]

Trial and opposition intermediate record:

Registration intermediate record:

Amount of annuities payment: year

Lapse date of right: [ ]

Proprietor: -

Application no/date: 1982- 69141[1982/04/23]

Date of request for examination: [1989/04/05]

Public disclosure no/date: 1983-185693[1983/10/29]

Examined publication no/date (old law): [ ]

Registration no/date: [ ]

Examined publication date (present law): [ ]

PCT application no

PCT publication no/date [ ]

Title of invention: DIUREA GREASE AND ITS PREPARATION

Applicant: KOYO SEIKO CO LTD,NIPPON GREASE KK

Inventor: YASUI KEIGO,YOSHIDA MITSUO,KOMIYA HIROSHI,OGUCHI TOSHIKAZU,TOYODA

MASAAKI

IPC: C10M 5/20 C10M 5/22

FI: C10N 50:10 C10N 40:02 C10M177/00

C10M169/06 C10M135:10 C10M133:56 C10M115:08

F-term: 4H104BE01R,BE03R,BE06R,BE13B,BE16R,BF03C,BG06C,DB01B,FA01,FA02,JA01

,LA04,LA20,PA01,QA18

Expanded classification: 146,222

Fixed keyword:

Citation: [19,1989.11. 6,04 ] (04,JP, Examined Publication of Patent,S55-11156) (04,Domestic Book

,SEKIYUSEIHINTENKAZAI=S49@SAKURAI TOSHIO@PUB.KABUSHIKIGAISHIYA SACHISHIYOBON@P224-227)

(04,Domestic Book

,JIYUNKATSUZAITOGURI-SU=S43@HORIGUCHI HIROSHI@PUB.SANKIYOUUSHIYUTSUPAN@P395-396)

Priority country/date/number: ( ) [ ] ( )

Classification of examiners decision/date: (decision of rejection) [1990/06/26]

Final examinational transaction/date: () [ ]

Examination intermediate record:

(A63 1982/ 4/23,PATENT APPLICATION UTILITY MODEL REGISTRATION APPLICATION,06300: )

(A522 1983/ 7/23,WRITTEN AMENDMENT, : )

(A831 1984/ 9/25,OFFER FORM OF PUBLICATION ETC., : )

(A7D2 1989/ 2/ 9,NOTIFICATION OF LUMP CHANGE IN DOMICILE (REPRESENTATIVE), : )

(A621 1989/ 4/ 6,WRITTEN REQUEST FOR EXAMINATION,66000: )

(A523 1989/ 4/ 6,WRITTEN AMENDMENT, : )

(A731 1989/ 4/19,NOTIFICATION OF CHANGE IN DOMICILE (APPLICANT), : )

(A131 1989/11/28,WRITTEN NOTICE OF REASON FOR REJECTION, : )

(A523 1990/ 1/31,WRITTEN AMENDMENT, : )

(A53 1990/ 1/31,WRITTEN OPINION, : )

(A02 1990/ 6/26,DECISION OF REJECTION, : )

\*\*\* Trial no/date [ ] Kind of trial [] \*\*\*

Defendant: -

Defendand: -

Opponent: -

Classification of trial decision of opposition/date: () [ ]

Final disposition of trial or appeal/date: () [ ]

Trial and opposition intermediate record:

Registration intermediate record: